

# Iron powder components containing thermoplastic resin and method of making same

**Patent number:** JP10503807T  
**Publication date:** 1998-04-07  
**Inventor:**  
**Applicant:**  
**Classification:**  
**- international:** B22F1/02; B22F3/02; H01F1/24  
**- european:** C22C32/00H; C22C33/02; H01F1/26  
**Application number:** JP19950504965T 19950717  
**Priority number(s):** SE19940002497 19940718; WO1995SE00874 19950717

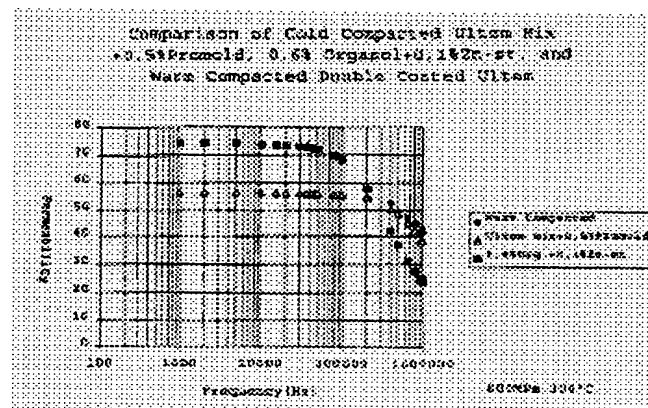
Also published as:

WO9602345 (A)  
 EP0765199 (A)  
 US5754936 (A)  
 BR9508301 (A)  
 EP0765199 (B)

more >>

Report a data error here

Abstract not available for JP10503807T  
 Abstract of corresponding document: **US5754936**  
 PCT No. PCT/SE95/00874 Sec. 371 Date Jan. 21, 1997 Sec. 102(e) Date Jan. 21, 1997 PCT Filed Jul. 17, 1995 PCT Pub. No. WO96/02345 PCT Pub. Date Feb. 1, 1996  
 The present invention concerns a method, according to which powder compositions of iron-based particles are admixed with a thermoplastic material and a lubricant. The obtained mixture is compacted at a temperature below the glass-transition temperature or melting point of the thermoplastic resin and the compacted product is heated in order to cure the thermoplastic resin. Subsequently, the obtained compacted component is optionally heated to a temperature above the curing temperature.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平10-503807

(43) 公表日 平成10年(1998) 4月7日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

B 2 2 F 1/02

B 2 2 F 1/02

C

3/02

3/02

M

H 0 1 F 1/24

H 0 1 F 1/24

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願平8-504965  
 (86) (22) 出願日 平成7年(1995) 7月17日  
 (85) 翻訳文提出日 平成9年(1997) 1月17日  
 (86) 国際出願番号 PCT/SE95/00874  
 (87) 国際公開番号 WO96/02345  
 (87) 国際公開日 平成8年(1996) 2月1日  
 (31) 優先権主張番号 9402497-3  
 (32) 優先日 1994年7月18日  
 (33) 優先権主張国 スウェーデン (SE)  
 (81) 指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M C, NL, PT, SE), BR, CA, CN, JP, K R, MX, PL, US

(71) 出願人 ホガナス アクチボラゲット  
 スウェーデン国エス - 263 83 ホガ  
 ナス (番地なし)  
 (72) 発明者 ヤンソン, パトリシア  
 スウェーデン国 エス - 260 40 ビ  
 ケン, リングベージェン 36  
 (74) 代理人 弁理士 浅村 皓 (外3名)

(54) 【発明の名称】 熱可塑性樹脂を含む鉄粉構成部分及びその製法

(57) 【要約】

本発明は、鉄を主成分とする粒子の粉体組成物が熱可塑性材料及び潤滑剤と混合される方法に関する。得られた混合物は熱可塑性樹脂のガラス転移温度又は融点より下の温度で圧縮され、次いで圧縮製品は熱可塑性樹脂を硬化させるために加熱される。その後得られた圧縮された構成部分は任意に硬化温度の上の温度に加熱される。

冷間圧縮Uitemミックス+0.5%Promold, 0.0%  
 Orgasol+0.1%Zn-ステアレートと熱間圧縮Uitem  
 の比較

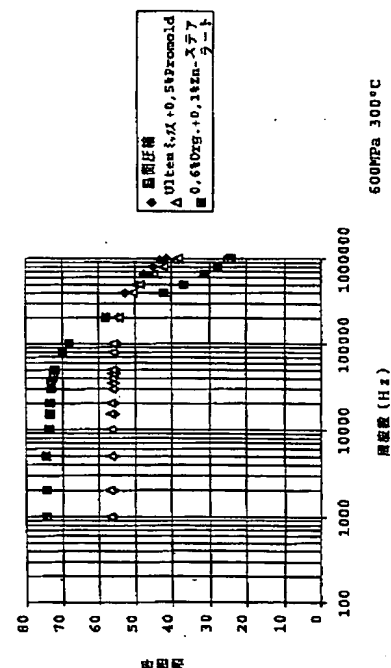


FIG. 1

## 【特許請求の範囲】

1. 高い引張強さと改良済み軟磁気特性を有する製品の粉末冶金的製法において、

a) 噴霧された又はスポンジ状の鉄粉の粒子をリン酸と共に、リン酸鉄の積層物質を形成するために十分な温度と時間において処理し、

b) 得られた粉を乾燥し、

c) その乾燥粉を、ポリフェニレンエーテルとポリエーテルイミドおよびアミド型のオリゴマーから成る群より選択される熱可塑性樹脂の乾燥粉と、及び低融点の潤滑剤と混合して実質上均一な粒子混合物を形成し、

d) かくして得られた粉体混合物を金型の中で熱可塑性樹脂のガラス転移温度又は融点より下の温度で圧縮し、

e) 熱可塑性樹脂の硬化させるために圧縮製品を加熱し、次いで

f) 任意に得られた構成部分を熱可塑性樹脂の硬化温度より上の温度まで焼きなましする

諸工程から成る上記製法。

2. 潤滑剤はステアリン酸塩、ワックス、パラフィン、天然又は合成の脂肪誘導体及び前述のアミド型オリゴマーから成る群より選択される請求項1に記載の方法。

3. 噴霧された又はスポンジ状の鉄粉の粒子はリン酸水溶液により処理される、請求項1又は2に記載の方法。

4. 樹脂は鉄粉の重量につき0.1～2%の、好ましくは1.5%以下の量に添加される、請求項1より3までのいずれか一項に記載の方法。

5. 樹脂は200 $\mu$ m以下の、好ましくは100 $\mu$ m以下の、粒径を有する、請求項1又は4に記載の方法。

6. 段階f)の温度が100 $^{\circ}$ ～600 $^{\circ}$ Cの間で変わる、請求項1より5までのいずれか1項に記載の方法。

7. 温度が200 $^{\circ}$ ～500 $^{\circ}$ Cの間で、好ましくは300 $^{\circ}$ ～400 $^{\circ}$ Cの間で、変わる、請求項6に記載の方法。

8. 圧縮は周囲温度で行われる、請求項2より7までのいずれか1項に記載の方法。

9. 熱可塑性樹脂及び低融点の潤滑剤はアミド型のオリゴマーである、請求項1より8までのいずれか1項に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

熱可塑性樹脂を含む鉄粉構成部分及びその製法

本発明は圧縮された鉄を主成分とする粉体組成物を熱処理する方法に関する。さらに詳細には、本発明はある方法に関するものであり、そしてそれは鉄組成物が熱可塑性樹脂と混合され、圧縮されそして加熱される方法である。その方法は良好な軟磁気特性及び高い強度を有する磁心構成部分を製造するために有効である。

米国特許第5, 268, 140号は高強度の鉄を主成分とする構成部分を粉末冶金技術により製造する方法を開示している。この方法によれば、有機溶媒の存在で熱可塑性材料により被覆されるか又はそれと混合されている、鉄を主成分とする粒子の粉体組成物がその熱可塑性材料のガラス転移温度より上の温度で金型の中に圧縮され、そして得られた構成部分はその圧縮温度以上約800°F (427°C) 以下の温度で別に加熱される。その結果得られる構成部分は増加された強度を有し、そして構造構成部分として又は磁心構成部分として使用されることができる。更に、この特許は、最も好ましい実施態様によれば、その熱可塑性材料は個々の鉄粒子の表面上に被覆として存在する。この態様の変形において、鉄の粒子は二重に被覆されることもできて、例えば、熱可塑性材料の外側の層に加えて、リン酸鉄のような絶縁材料の初めの内部被覆を有する。

要するに、本発明はある方法に関するものであり、その方法により鉄を主成分とする粒子の粉体組成物が熱可塑性材料と混合される。その得られた混合物は熱可塑性材料のガラス転移温度または融点より下の温度で圧縮され、そしてその圧縮製品は熱可塑性樹脂を硬化させるために加熱される。次にその得られた圧縮構成部分は任意に前記の硬化温度より上の温度まで焼きなましされる。

特に、本発明は高い強度と改良された軟磁気特性を有する製品の粉末冶金的製造方法に関するものであり、その方法は次の段階から成る。

a) 噴霧された又はスポンジ状の鉄粉の粒子をリン酸と共に、リン酸鉄の積層物質を形成するために十分な温度と時間において処理し、

b) 得られた粉を乾燥し、

c) その乾燥粉を、ポリフェニレンエーテルとポリエーテルイミド及びアミド型のオリゴマーから成る群より選択される熱可塑性樹脂の乾燥粉と、及び低融点の潤滑剤と混合して実質上均一な粒子混合物を形成し、

d) かくして得られた粉体混合物を金型の中で熱可塑性樹脂のガラス転移温度または融点より下の温度で圧縮し、

e) 圧縮製品を熱可塑性樹脂の硬化温度に加熱し、次いで

f) 任意に得られた構成部分を熱可塑性樹脂の硬化温度より上の温度まで焼きなましする。

この方法の段階a)において、噴霧された又はスポンジ状の鉄粉の粒子はリン酸水溶液により処理されて鉄粒子の表面にリン酸鉄の層を形成することが好ましい。リン酸処理は室温で、約0.5～約2時間の期間に行われる。それから乾燥粉を作るために水が約90℃～約100℃の温度で蒸発させられる。本発明の他の一つの実施態様によると、鉄粉は有機溶媒に溶かされたリン酸により処理される。

リンの層はできるだけ薄くなければならないし、また同時に別々の粒子をできるだけ完全に被覆しなければならない。従ってリンの量は粉体の表面積が大きくなるほど多くなる。スポンジ状の粉は噴霧された粉よりも大きな表面積を有するので、リンの量は一般にスポンジ状の粉の方が噴霧された粉よりも多いはずである。前者の場合リンの量は粉の重量につき0.02～0.06%の間で、好ましくは0.03～0.05%の間で変わるが、後者の場合にはリンの量は粉の重量につき0.005～0.04%の間、好ましくは0.008～0.03%の間で変わるだろう。

本発明の方法に使用される熱可塑性材料は約10,000より約50,000の範囲内の平均分子量及びそれらが有機溶媒に溶解されることを許す結晶化度の水準を有するポリマーであることができよう。更に詳細には、それらのポリマーはポリフェニレンエーテル、ポリエーテルイミド又はその他の米国特許第5,268,140号明細書に記載のポリマーである。前記特許は参考資料Aとしてここに引用により組み込まれる。ある市販のポリエーテルイミドは ULTEM®樹脂の

商品名で販売されている。最も好ましい ULTEM®樹脂は ULTEM® 1000 グレー

ドである。本発明により使用されることができる他の一つの熱可塑性材料は30,000以下の重量平均分子量を有するアミド型のオリゴマーである。この型のオリゴマーは国際公開スエーデン特許第95/00636号明細書に開示されている。前記特許はそれはここに引用により組み込まれる。特定のオリゴマーの例はElf Ato-chem, Franceより入手できる Orgasol 3501 及び Orgasol 2001 のようなオルガノゾルである。これらの型のポリマーは無定形でなく、即ち、米国特許第5,268,140号明細書に記載のポリマーよりも更に結晶性であって、ガラス転移温度によるのみならず融点によっても際立っている。

熱可塑性材料の粒径は決定的に重要ではない。しかし、粒径は約100 $\mu$ m以下であることが好ましい。熱可塑性材料の量は鉄粉の重量につき0.1~1%の間で、好ましくは0.2~0.6%の間で変わってもよい。

米国特許第5,268,140号に開示された方法とは対照的に、本発明の方法では潤滑剤を使用することは義務的である。

いろいろな潤滑剤を鉄と熱可塑性粒子に混合することができる。潤滑剤は低融点型のものが好ましいが、それは金属のステアリン酸塩、ワックス、パラフィン、天然または合成の脂肪誘導体及び前述のアミド型オリゴマーから成る群より選択されることができよう。本発明の方法において使用できる市販の潤滑剤の例をあ

げるとHöganäs AB Sweden より入手できるKenolube®、Hoechst AG, Germanyより入手できる H-wax®及び Morton International, Cincinnati, Ohioより入手できる Promold ®である。これに関連して、アミド型のオリゴマーは熱可塑性樹

脂としてか又は潤滑剤としてのいずれか、或いは両者を兼ねて使用されることができることは言及されるべきであろう。従って、本発明の一実施態様によれば、絶縁された鉄粉は問題のオリゴマーとのみ混合され、オリゴマーの融点以下の温度で圧縮され、オリゴマーを硬化させるために加熱され、次いで任意に焼きなましされる。

それらの潤滑剤は鉄粉の重量につき0.1～1%、好ましくは0.2～0.8%の量に使用される。

鉄、熱可塑性樹脂及び潤滑剤の粉体組成物は前記の米国特許による方法におけるようにいかなる追加の加熱装置なしに慣用の金型で適当な成形技術により成形された構成部分に形作られることができる。しかし、鉄粉、熱可塑性材料及び潤滑剤はまた金型の中に供給される前に熱可塑性樹脂のガラス転移温度または融点より下の温度に予熱されることができる。前記の金型もまたガラス転移温度又は融点より下の温度に予熱される。好ましい実施態様によれば、前記の粉体組成物は冷圧縮法により成形された構成部分に形作られることができる、即ち、圧縮段階は周囲温度で行われる。圧縮段階は約400～1800MPaの間で行われる。

最終の、任意の熱処理又は焼きなまし段階において、圧縮されてから硬化された混合物は熱可塑性材料の硬化温度よりもかなり上の温度にさらされる。本発明に従って好ましい熱可塑性材料について、これは約100～600℃の温度に加熱することを含む。好ましくはその温度は200～500℃、そして最も好ましくは300～400℃で変わる。この熱処理は一つの別の工程において行われることが好ましい。

本発明の方法と既知の方法との間の主な違いは、本発明の方法が熱可塑性樹脂のガラス転移温度または融点より下の温度で行われる圧縮段階を含むことである。この結果、本発明方法はエネルギー消費が少ないので、従って低コストであり、同時に、全く意外にも、本質的に同じ軟磁気特性を得ることができる。更に、粉体混合物の中に潤滑剤を使用することは、前記米国特許による方法において必要である、金型に油を塗る必要をなくす。既知の方法に勝る他の一つの利点は、本発明の方法はいかなる環境上有害な有機溶媒も使用することなしにかつ従来慣用の金型のなかで行われることができることである。

本発明に従って使用される特定の熱可塑性材料は、ドイツ特許第34 39 397号による場合のように、最良の結果を得るために交替する温度及び圧力を使用する必要を除く。この特徴は本発明を工業上の見地からドイツ特許に記載の方法よりもはるかに魅力あるものにする。



軟磁気特性に関して、高い周波数においては、透磁率対周波数曲線は本発明に従って製造された製品についても既知の方法に従って製造された製品についても本質的には同じあることが判った。また材料の強度も類似している。

本発明は更に次の例により説明される。

#### 例 1

SCM100.28 (Höganäs AB、Swedenより入手できる鉄粉)を主成分とする混合物をリン酸水溶液で処理してから鉄粒子上にリン被覆を与えるために乾燥した。0.5%の Ultem®、粒径 $<70\mu\text{m}$ 及び0.5%の Promold潤滑剤からなる合計1%の有機材料を空練りして均一な材料の資料を作った。

ある混合物は既にリン酸で処理されてから鉄粒子上にリン被覆を与えるために乾燥された ABM 100.32 (Höganäs AB、Swedenより入手できる鉄粉)を主成分としていた。0.6%の Orgasolと0.1%のステアリン酸亜鉛潤滑剤から成る合計0.7%の有機物を空練りして均一な材料の資料を作った。

米国特許第5,268,140号に従って製造されかつ Höganäs Corporation, Riverton N.J.により TC パウダーとして市販されている鉄粉 TC を対照試料として使用した。この試料はリン被覆を有する鉄粉を主成分としていた。その既にリン酸塩絶縁された鉄粒子の上に Ultem® 1000 の追加の被覆がほどこされた。

(1%の Ultemポリマーが有機溶媒の溶解され、そしてリン酸塩絶縁された鉄粒子と混合された。それから溶媒は蒸発させられた。)

全ての試料を600 MPaで圧縮した。本発明による製品、即ち、Ultem®と Promold®とOrgasol®及びステアリン酸亜鉛をそれぞれ含む製品、を周囲温度で慣用のプレスの中で圧縮した。既知の方法によりツインコーティングした又はダブルコーティングした粉体を150℃の温度に予熱してから、Ult-em® 1000のガラス転移点のすぐ上の218℃に加熱された金型の中で圧縮した。3種の試料全てを次に300℃の温度で焼きなました。磁気特性は本発明による Ultem®と Promold®を含む冷間圧縮製品についても、ツインコーティングした又はダブルコーティングした製品に基づく温間圧縮製品についても本質的に同じ

である。Orgasol ® 及びステアリン酸亜鉛に基づく製品は、図1の透磁率対周

波数曲線により示されるように、低い周波数においてより高い透磁率をそして高い周波数においてより低い透磁率有する若干異なる側面を有する。

## 例 2

混合物は既にリン酸で処理されてから鉄粒子上にリン被覆を与えるために乾燥された ABM 100.32 (Höganäs AB、Swedenより入手できる鉄粉)を主成分としているものである。0.5%の Ultem®及び0.5%のOrgasol ®潤滑剤からなる合計1%の有機材料を空練りして均一な材料の試料を作った。

上記のようにリン酸により処理され、かつ ABM 100.32 を主成分とする混合物を0.5%の Ultem®及び0.5%のKenolube®潤滑剤と共に空練りして均一な材料の試料を作った。

上記のようにリン酸により処理され、かつ ABM 100.32 を主成分とする混合物に0.6%のOrgasol ®及び熱可塑性樹脂をいずれも潤滑剤として空練りして均一な材料の試料を作った。

それらの試料は600 MPa及び周囲温度で圧縮されてから続いて300℃で60分間の熱処理の後に比較された。強度が表1に比較されている。

表 1

材 料 300℃60分 空気	密 度 600 MPa	圧粉体強度 600 MPa
ABM 100.32+0.5%Ultem(D.M.)+ 0.5% Kenolube	6.83g/cm <sup>3</sup>	80N/mm <sup>2</sup>
ABM 100.32+0.5%Ultem(D.M.)+ 0.5% Orgasol	6.89g/cm <sup>3</sup>	108N/mm <sup>2</sup>
ABM 100.32+0.6%Orgasol	7.15g/cm <sup>3</sup>	107N/mm <sup>2</sup>

これらの試料は周囲温度において800 MPaで圧縮してから、続いて空気中に300℃に60分間熱処理の後に比較された。周波数に対する透磁率が図2に示

されている。

### 例 3

混合物は既にリン酸で処理されてから鉄粒子上にリン被覆を与えるために乾燥された ABM 100.32 (Höganäs AB、Swedenより入手できる鉄粉)を主成分としているものであった。0.5%の Ultem及び0.5%のOrgasol ®潤滑剤からなる合計1%の有機材料を空練りして均一な材料の試料を作った。

ABM 100.32 を主成分とする混合物に0.6%のOrgasol 及び熱可塑性樹脂をいずれも潤滑剤として空練りして均一な材料の試料を作った。

約600 MPaでの温間圧縮と800 MPaでの周囲温度圧縮の効果が図3と図4に示されている。温間圧縮のための温度は、粉体温度110℃～115℃であり、ツーリング(tooling)温度は、両試料について130℃である。これは Ultem のガラス転移温度(Tg)の下である。Orgasol の場合には、その温度は融点(Tm)の下である。

【図1】

冷間圧縮Ultemミックス+0.5%Promold, 0.6%  
Orgasol+0.1%Zn-スチアレートと温間圧縮二重被覆Ultem  
の比較

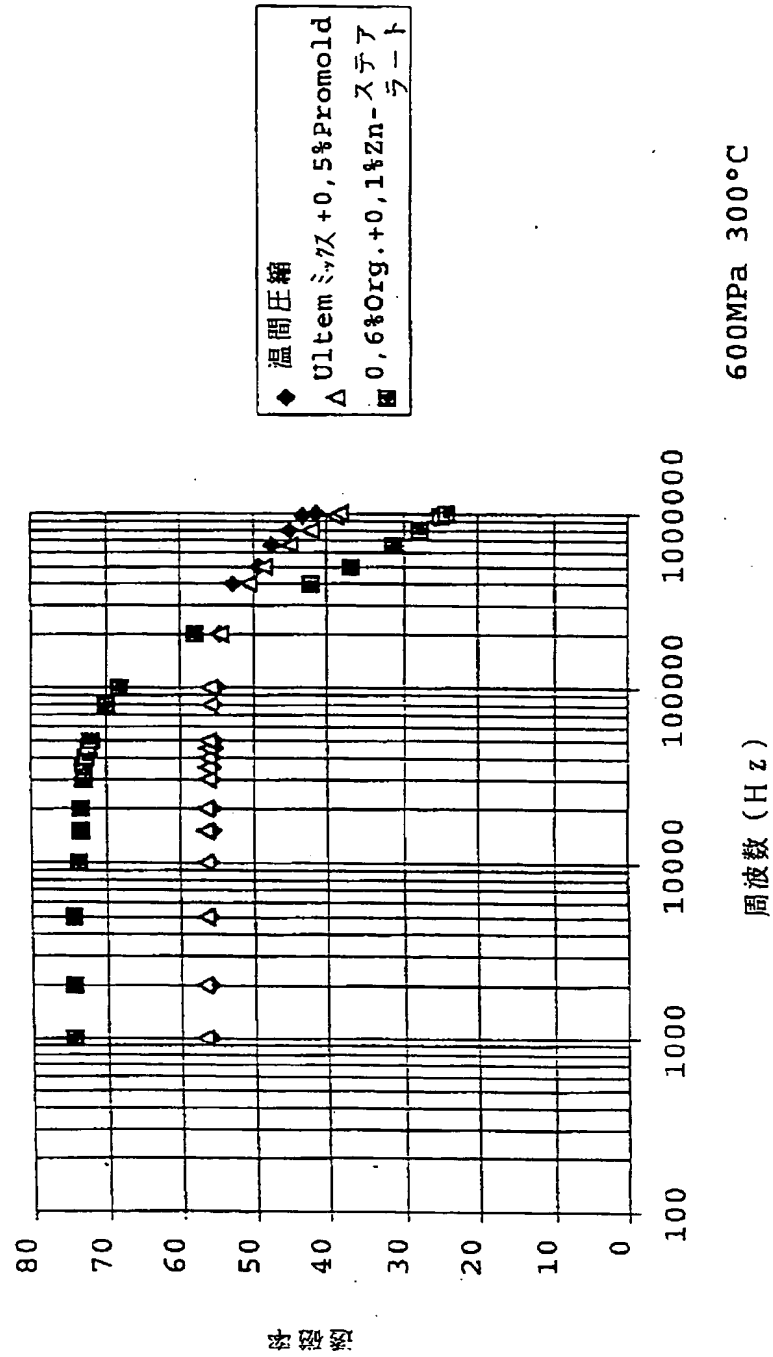


FIG. 1

【図2】

ABM100. 32を主成分とするD. M. によるUltemと  
潤滑剤の0. 5%添加の比較

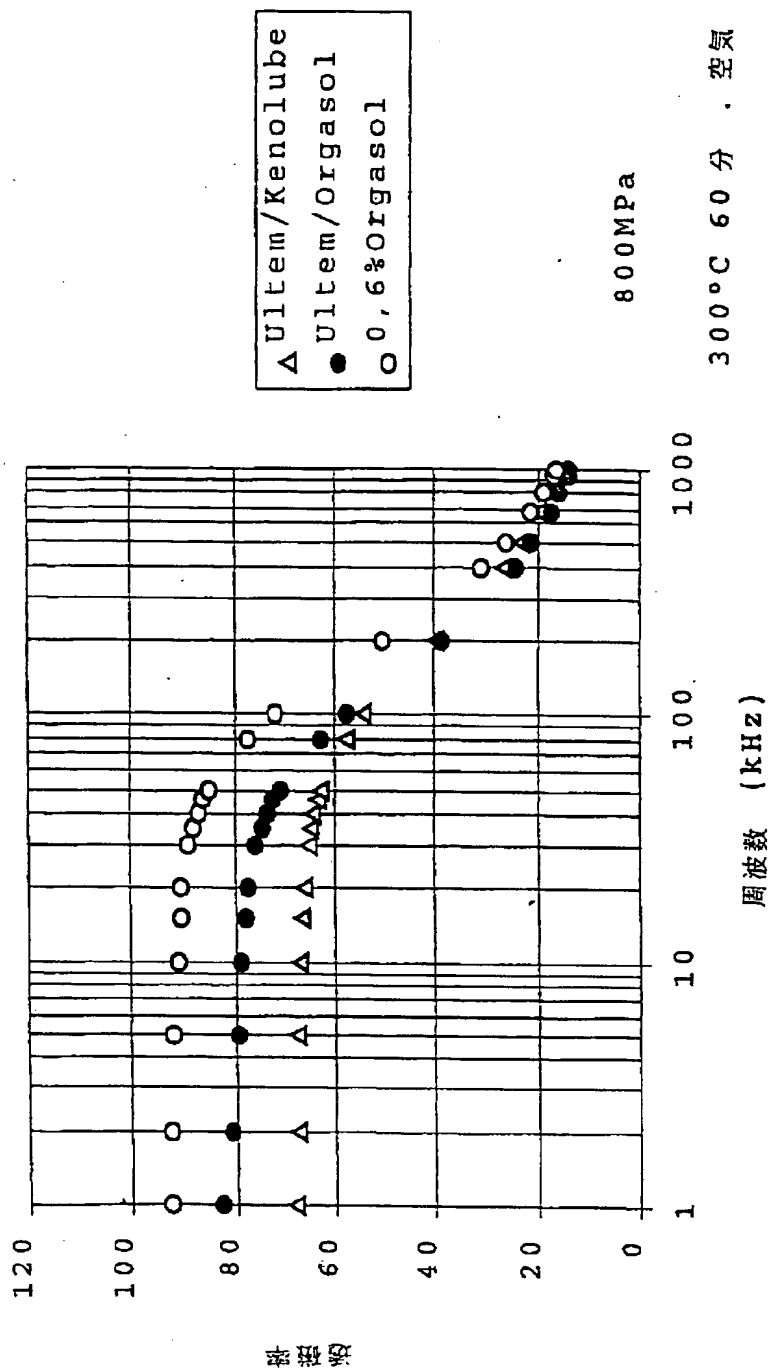


FIG. 2

【図3】

ABM100.32を主成分とするD.M.によるUltemと  
潤滑剤の0.5%添加に及ぼす圧縮温度の効果

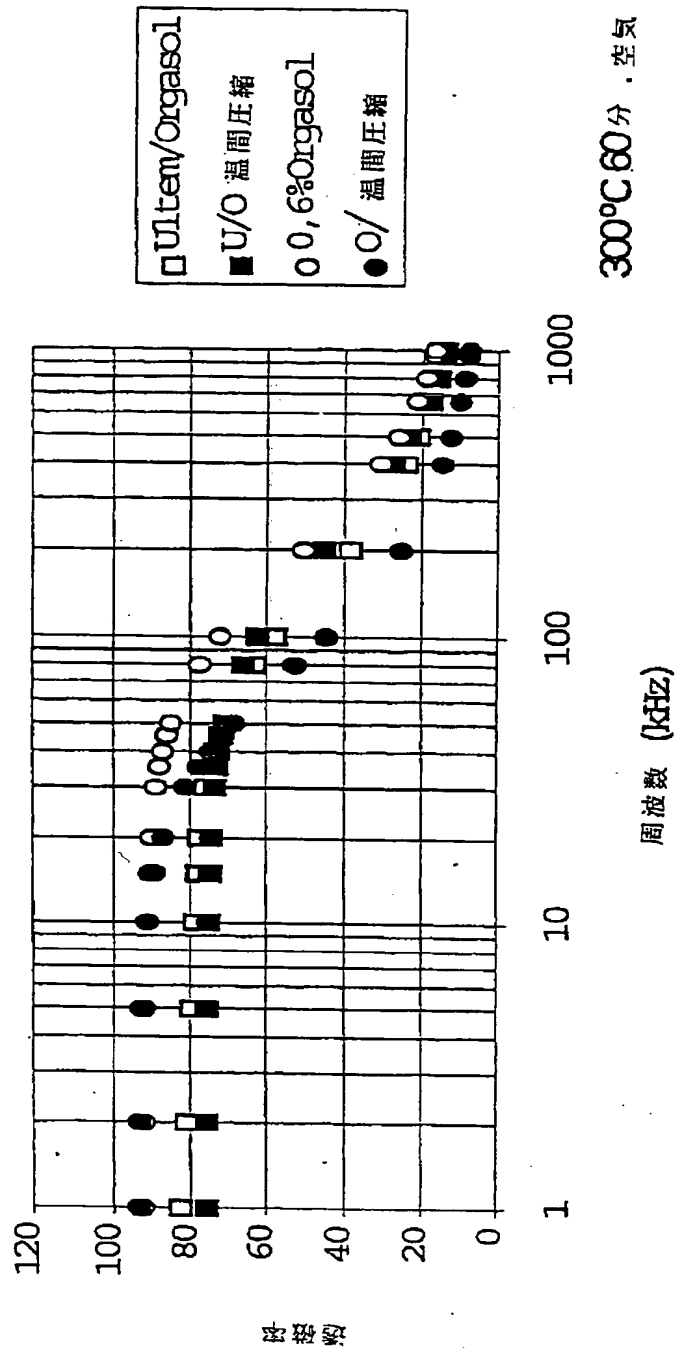


FIG. 3

【図4】

ABM100.32とUltimD.M.+Orgasolおよび  
0.6%orgasolの混合物の温間および冷間圧縮製品の0.5%  
Kenolubeを含む対照試料との比較

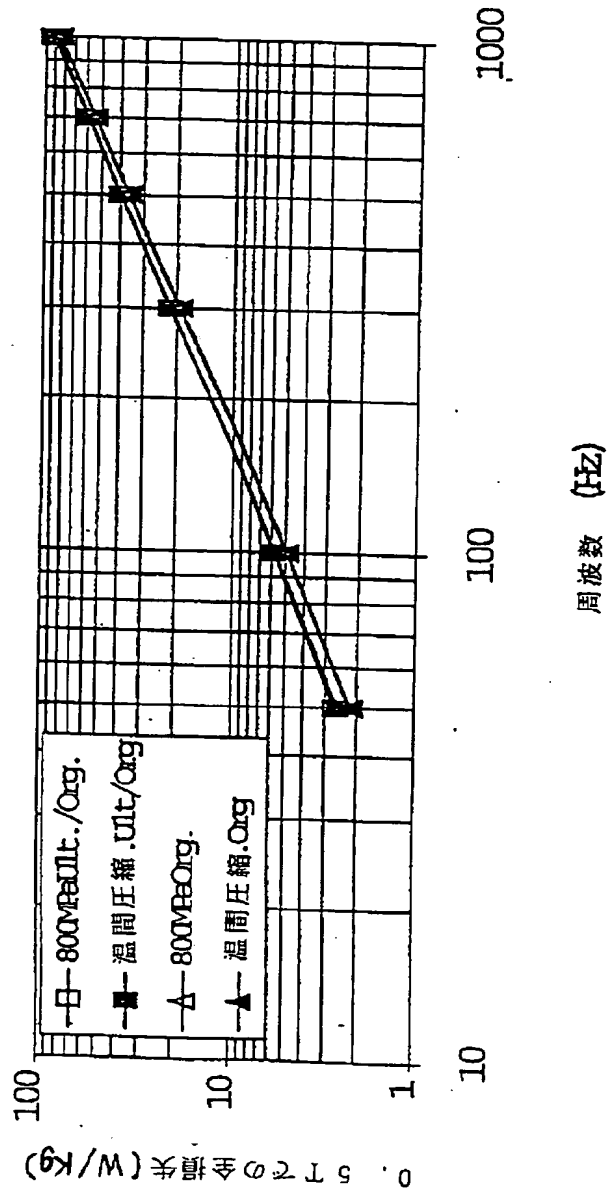


FIG. 4

## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/SE 95/00874

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b>		
IPC6: B22F 1/02, H01F 1/26 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)		
IPC6: B22F, H01F		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
SE,DK,FI,NO classes as above		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
WPI, CA SEARCH		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE 3439397 A1 (VACUUMSCHMELZE GMBH), 30 April 1986 (30.04.86), page 3, line 13 - page 6, line 7 —	1-9
A	US 5268140 A (HOWARD G. RUTZ ET AL), 7 December 1993 (07.12.93), column 3, line 3 - column 7, line 36 —	1-9
A	EP 0540503 A2 (MATSUSHITA ELECTRIC INDUSTRIAL CO., LTD.), 5 May 1993 (05.05.93) —	1-9
A	Derwent's abstract, No 43544 D/24, week B124, ABSTRACT OF SU, 765891 (LEVCHENKO SI), 23 Sept 1980 (23.09.80) —	1-9
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "B" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "Z" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
25 October 1995		07 -11- 1995
Name and mailing address of the ISA/ Swedish Patent Office Box 5055, S-102 42 STOCKHOLM Facsimile No. +46 8 666 02 86		Authorized officer Nils Engnell Telephone No. +46 8 782 25 00

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/SE 95/00874

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>Dialog Information Services, file 351, Derwent WPI, Dialog accession no. 009630229, WPI accession no. 93-323778/41, ASAHI CHEM IND CO LTD: "Thermosetting type magnetic composite resin bonded magnetic - consists of rare earth metal-iron-nitrogen based magnetic powder lubricant, coupling agent and thermosetting resin", JP 05234728, A, 930910, 9341 (Basic)</p> <p>—</p>	1-9
A	<p>Dialog Information Services, file 351, Derwent WPI, Dialog accession no. 009329021, WPI accession no. 93-022484/03, MITSUBISHI MATERIALS CORP: "Complex magnetic powder for resin-bonded magnets - includes solid resin binder and heat polymerised resin capsules contg. lubricant coated on magnetic particles" JP 4349603, A, 921204, 9303 (Basic)</p> <p>—</p> <p>-----</p>	1-9

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
 Information on patent family members

02/10/95

International application No.

PCT/SE 95/00874

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE-A1- 3439397	30/04/86	NONE	
US-A- 5268140	07/12/93	EP-A- 0535806 JP-A- 5209203	07/04/93 20/08/93
EP-A2- 0540503	05/05/93	DE-D, T- 68912157 DE-D- 68922748 DE-D- 68922911 EP-A, B, B 0331055 EP-A, A, A 0540504 JP-A- 1220417 US-A- 4981635 JP-A- 1220418 JP-A- 1220419 JP-A- 1243405	16/06/94 00/00/00 00/00/00 06/09/89 05/05/93 04/09/89 01/01/91 04/09/89 04/09/89 28/09/89

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (July 1992)